

两种检测方法对玉米柠檬酸渣营养成份的测定结果比较

【摘要】通过使用近红外光谱分析法和概略养分手工分析法测定了 5 个玉米柠檬酸渣的水分、粗蛋白、粗脂肪、粗纤维和粗灰分等五项指标，旨在探讨近红外光谱分析法的准确性及可靠性。结果表明：两种检测方法的测定结果无显著差异 ($P>0.05$)，测定结果非常接近，相对误差均在 2% 以下。近红外光谱分析法操作简单、快速，但成本较高；概略养分分析法耗时费力，但成本较低。

【关键词】玉米柠檬酸渣；近红外光谱分析；概略养分手工分析；营养成份

Comparison of two methods for detection of nutritional components of corn byproduct

【Abstract】 In order to investigate the measurement error, five indicators of corn byproduct were detected using near infrared analyzer and proximate analysis method, including the moisture, crude protein, crude fat, crude fiber and crude ash. The results showed that there was no significant difference between two methods ($P>0.05$), the results were very close, and the relative error was below 2%. It was easy and fast to operate the near infrared analyzer, but the cost was high; the proximate analysis method was wasting time and energy, but the cost was low.

【Key words】 Corn byproduct; Near infrared analyzer; Proximate analysis; Nutritional components

目 录

1 材料与amp;方法	1
1.1 样品采集与amp;制作	1
1.2 测定指标	1
1.3 仪器设备	1
1.4 试剂、amp;溶液	2
1.5 分析方法	2
1.6 统计与amp;分析	2
2 结果与amp;分析	2
3 讨论	3
4 建议	4
参考文献	4
致谢	5

玉米柠檬酸渣是用玉米发酵生产柠檬酸后的副产品，经先进的气流干燥工艺干燥而成，色泽发黄，微颗粒状^[1]。由于含有一定量的柠檬酸（含量约为 2.8%），在全价料中加入后，能够降低动物胃、肠、十二指肠内的 pH 值，加强胃蛋白酶的活性，从而提高消化率。与玉米、蛋白饲料相比，玉米柠檬酸渣价格合适，适口性好，可替代部分玉米、豆粕，降低饲料成本^[2]。

近红外光谱分析技术作为一种有效的分析手段在二十世纪三十年代就得到了认可，世界上许多国家已经建立了专门的科研力量，进行相关应用领域仪器设备的研发，中国在近红外光谱分析技术方面的研究起步较晚，现阶段正在从事人体血糖、人参、煤炭、茶叶、蜂蜜等方面的研究和仪器开发工作^[3]。概略养分或常规成分测定饲料中营养物质，得到的一般不是单纯某一化学成分的含量，而是性质相同或相似的多种成分的混合物，通过对饲料中的常规成分或概略养分的确定，为评价饲料原料或产品的质量提供基础数据^[4]。由于玉米柠檬酸渣营养价值的变异性较大，在使用近红外光谱测定时有可能导致异常样品的出现，即测定结果偏离曲线。因而实际测定中需要通过手工法进行校正，增加正确的异常样品，并对近红外测定中的定标模型进行升级。为了评价近红外光谱分析技术对玉米柠檬酸渣测定的准确性及可靠性，本试验以不同来源的玉米柠檬酸渣为研究对象，比较了近红外光谱分析和概略养分分析的营养成份，以利于饲料企业对近红外光谱测定法的选择和利用。

1 材料与amp;方法

1.1 样品采集与制作

从泰州正大饲料有限公司、宜兴市高欣饲料有限公司、沭阳县华丰饲料发展有限公司、连云港东辛隆生科技饲料有限公司、沭阳县振阳饲料有限公司等五家公司采集玉米柠檬酸渣样品 5 份，将全部样品用植物粉碎机粉碎并通过 40 目的孔筛后，装样，以备测定。

1.2 测定指标

玉米柠檬酸渣水分、粗蛋白、粗脂肪、粗纤维和粗灰分。

1.3 仪器设备

1.3.1 近红外光谱测定

福斯公司 NIR Systems 5000 饲料品质分析仪。

1.3.2 概略养分手工测定

水分测定：电热鼓风干燥箱、干燥器、称样皿、电子天平（万分之一精度）

粗蛋白测定:分析天平(感量 0.0001 克)、凯氏烧瓶或消化炉、消化管、滴定管(酸式, 50ml)、凯氏蒸馏装置(常量直接蒸馏式或半微量蒸馏式)、锥形瓶(100 ml)、容量瓶(100 ml)、定氮仪、电炉。

粗纤维测定: 分析天平、滤坩、陶瓷筛板、灰化皿、烧杯或锥形瓶、干燥箱、干燥器、马福炉、冷提取装置、加热装置如电炉。

1.4 试剂、溶液

粗蛋白质测定: 浓硫酸(GB625)、硫酸铜(GB665)、硫酸钾(HG 3-920)、 $400\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液、 $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸溶液、0.1N 盐酸标准溶液、0.02N 盐酸标准溶液、甲基红-溴甲酚绿混合指示剂、硫酸铵(GB 1396)、蔗糖(HG 3-1001)。

粗脂肪测定: 石油醚(沸点范围为 $40^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$)

粗纤维测定: 0.5mol/L 盐酸溶液、 $0.13 \pm 0.005\text{mol/L}$ 硫酸溶液、 $0.23 \pm 0.005\text{mol/L}$ 氢氧化钾溶液、丙酮、滤器辅料硅藻土、防泡剂正辛醇、石油醚(沸点范围 $40^{\circ}\text{C} \sim 60^{\circ}\text{C}$)。

1.5 分析方法

采用 NIR Systems 5000 饲料品质分析仪直接测定营养成分。采用概略养分分析法分别测定水分、粗蛋白、粗脂肪、粗纤维和粗灰分, 根据 GB/T 6435-1986 测定水分含量, 根据 GB/T 6432-1986 测定粗蛋白含量, 根据 GB/T 6433-2006 测定粗脂肪含量, 根据 GB/T 6434-2006 测定粗纤维含量, 根据 GB/T 6438-1992 测定粗灰分含量。

1.6 统计与分析

每个样品利用上述方法各测3次, 减少试验误差, 最终结果取平均值。

2 结果与分析

以 NIR Systems 5000 饲料品质分析仪和概略养分法测得玉米柠檬酸渣的营养成份结果分别列于表 1~表 5。成对数据 t 检验表明, 两种方法测得的玉米柠檬酸渣各营养成份间无显著差异 ($P>0.05$), 相对误差均在 2%以下。但用 NIR Systems 5000 饲料品质分析仪测得的粗脂肪含量偏高、粗纤维含量偏低。

表 1 两种方法测得的水份结果 单位: %

样品号	近红外光谱	概略养分手工	差值	相对误差
1	10.06	9.88	0.18	1.79
2	11.46	11.51	-0.05	-0.44
3	10.38	10.21	0.17	1.64
4	11.18	10.97	0.21	1.88
5	8.57	8.72	-0.15	-1.75

表 2 两种方法测得的粗蛋白质结果

单位: %

样品号	近红外光谱	概略养分手工	差值	相对误差
1	25.50	25.05	0.45	1.76
2	24.58	24.87	-0.29	-1.18
3	24.90	24.42	0.48	1.93
4	24.39	24.48	-0.09	-0.37
5	24.36	24.53	-0.17	-0.67

表 3 两种方法测得的粗脂肪结果

单位: %

样品号	近红外光谱	概略养分手工	差值	相对误差
1	11.89	11.76	0.13	1.09
2	11.66	11.43	0.23	1.97
3	11.88	11.85	0.03	0.25
4	12.52	12.40	0.12	0.96
5	12.14	11.91	0.23	1.89

表 4 两种方法测得的粗纤维结果

单位: %

样品号	近红外光谱	概略养分手工	差值	相对误差
1	11.76	11.98	-0.22	-1.87
2	11.69	11.92	0.23	-1.97
3	11.86	12.06	-0.20	-1.67
4	10.03	10.23	-0.20	-1.99
5	11.89	11.94	-0.05	-0.42

表 5 两种方法测得的粗灰分结果

单位: %

样品号	近红外光谱	概略养分手工	差值	相对误差
1	2.52	2.57	-0.05	-1.98
2	2.09	2.13	-0.04	-1.91
3	2.43	2.39	0.04	1.65
4	2.48	2.52	-0.04	-1.61
5	2.13	2.16	-0.03	-1.41

3 讨论

福斯公司生产的各类近红外品质分析仪,是国际公认的一流品牌。专业的仪器设计,拥有多项国际专利技术,针对不同行业和应用,采用权威的近红外分析软件 WinISI^[5]。为适应本地化需求,福斯公司除了在国内设有专门的近红外应用技术中心,还与国家饲料监督检验中心、中国农科院等权威机构建立正式的合作。生产的近红外饲料品质仪(NIR Systems 5000)普遍为饲料行业所采用,检测指标包括饲料原料及成品饲料中的粗脂肪、

粗蛋白、水分、粗纤维、粗灰分及氨基酸等。近红外饲料品质仪具有操作简便、分析快速准确（分析时间<1 分钟）、无需样品前处理、无损分析、不破坏样品等优点，但投资成本较高^[6]。

1862 年德国 Weende 试验站 Stohmann 与 Henneberg 二人创建了概略养分分析方法，用来分析测定水分、粗蛋白质、粗灰分、粗纤维、粗脂肪与无氮浸出物的^[4]。概略养分分析法只能测出饲料中“粗养分”含量的测定值，而不能测出各种具体营养成分的含量，因此本属于不同养分的化合物划分在同一养分内，致使营养价值的评定不准确^[7]。与近红外饲料品质仪相比，概略养分分析法操作步骤繁杂，测定值精确度低，消化时间也很长，费时费力。

4 建议

4.1 NIR Systems 5000饲料品质分析仪具有精确、快速、省时、省力等优点。测定饲料营养成份时，可优先考虑选择该方法，但需考虑分析成本。

4.2 概略养分分析虽精确度、自动化程度不及饲料品质分析仪，但其本身价格低廉，可作为中小企业的优先选择。

参考文献

- [1] 阮南，周晓辉，冯惠勇，等. 利用柠檬酸渣生产单细胞蛋白饲料的研究[J]. 粮食与饲料工业, 2013(10):26-28.
- [2] 黄现青，崔艳红，索江华，等. 柠檬酸渣发酵料对肉鸡生产性能及成活率的影响[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(1):5183-5184.
- [3] 齐晓，韩建国，李曼莉. 近红外光谱分析仪器的的发展概况[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(10):2022-2026.
- [4] 韩友文. 饲料常规概略养分分析方案[J]. 饲料博览, 2004(2):48.
- [5] 陆婉珍. 近红外光谱仪[J]. 石油仪器, 2001(8):30-33.
- [6] 吴静珠，吴胜男，刘翠玲，等. 近红外和高光谱技术用于小麦籽粒蛋白含量预测探索[J]. 传感器与微系统, 2013, 32(2):60-62.
- [7] 靳玲品，刁其玉，屠焰，等. 紫花苜蓿的有效降解率与其概略养分的相关性分析[J]. 中国饲料, 2012(21):10-15.

致 谢

光阴似箭，三年大学时光转眼即逝，这三年充满了无限美好回忆。一路走来，我要感谢我所有的老师，更要感谢我的班主任陈明老师，是你们教给了我大学所学的所有知识，是你们给我创造了一笔人生中无形的宝贵财富；我也要感谢我的家人、朋友、同学们，谢谢你们的理解与支持；同时我更要感谢任善茂老师，我的企业指导老师以及指导我实验的殷洁鑫老师，从论文选题，到最终完成，都给了我细心的指导及不懈的支持；最后感谢各位专家领导对我的批评指导！衷心谢谢你们！